ARTIGO
DOI: 10.3395/2317-269X.00438

Avaliação da qualidade físico-química do leite ultra pasteurizado comercializado no município de Erechim - RS

Physicochemical quality assessment of ultra-pasteurized milk commercially in the City of Erechim-RS

Leonardo Souza Rosa*

Cassiane Marini Garbin

Luana Zamboni

Marlice Salete Bonacina

RESUMO

O trabalho teve como objetivo avaliar a qualidade físico-química do leite ultra pasteurizado comercializado no município de Erechim - RS. Nos meses de maio e agosto de 2014, foram coletadas seis amostras de leite UHT integral, correspondentes a seis diferentes marcas, totalizando doze amostras, cuja qualidade foi avaliada através dos parâmetros umidade, gordura, proteína, extrato seco desengordurado (ESD), estabilidade ao etanol 80%, densidade, acidez, índice crioscópico e detecções de fraudes por adição de amido, formaldeído, hidróxido de sódio, peróxido de hidrogênio e resíduos de antibióticos. As determinações de fraudes, umidade, ESD, densidade, acidez e índice crioscópico foram realizadas em triplicata conforme a Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. Os parâmetros gordura e proteína foram determinados em triplicata em analisador ultrassônico. Os resultados indicaram a existência de diferenças significativas ($p < 0,05$) entre as diferentes marcas em relação aos parâmetros umidade, gordura, proteína, extrato seco desengordurado, densidade, acidez e índice crioscópico. Constatou-se que duas marcas de leite UHT integral avaliadas não atenderam aos requisitos mínimos de qualidade em relação aos parâmetros ESD e proteína, estabelecido pela legislação. Outras duas marcas evidenciaram indicativos de adulterações por adição de amido e hidróxido de sódio. Mediante os resultados obtidos concluiu-se que apenas duas marcas atenderiam a totalidade dos requisitos mínimos de qualidade do leite UHT.

PALAVRAS-CHAVE: Leite UHT; Qualidade; Adulteração; Saúde Pública

ABSTRACT

This study aimed to commercially evaluate the physicochemical quality of ultra-pasteurized milk in the city of Erechim-RS. In May and August 2014, six samples of whole UHT milk, corresponding to six different brands, were collected, amounting to 12 samples. The sample's quality was assessed by analyzing the following parameters: moisture, fat, protein, non-fat solids (NFS), ethanol stability 80%, relative density at 15°C, acidity, cryoscopic index, and fraud detections by adding starch, formaldehyde, sodium hydroxide, hydrogen peroxide, and antibiotic residues. The measurements of fraud, moisture, NFS, density, acidity, and cryoscopic index were performed in triplicate as Instrução Normative Instruction no. 68/2006.The parameters, fat and protein, were determined in triplicate in an ultrasonic analyzer. The statistical treatment of data was performed according to the Statistical Software 8.0. The results indicated the existence of significant differences ($p < 0.05$) between brands for the following parameters: moisture, fat, protein, NFS, density, acidity, and cryoscopic index. It was also found that two brands of whole milk UHT evaluated did not meet the minimum quality requirements in relation to protein and ESD parameters established by law. Other two brands had indications of tampering by adding starch and sodium hydroxide. From these findings, it was concluded that only two brands met all the minimum quality requirements for UHT milk.

KEYWORDS: UHT Milk; Quality; Tampering; Public Health

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul (IFRS), Erechim, RS, Brasil

* **E-mail:** leonardo.souza@erechim.ifrs.edu.br

Recebido: 31 ago 2014
Aprovado: 27 mar 2015

INTRODUÇÃO

A comunidade internacional consagrou a segurança dos alimentos como um dos direitos humanos fundamentais. A padronização das normas de qualidade vem impondo uma grande disciplina nos mercados mundiais de lácteos, exigindo um importante compromisso social, econômico e político de todos os membros do sistema leiteiro. Sendo assim, não basta apenas dispor de alimentos em quantidade para abastecer a população, é necessário também que produtos, como o leite *Ultra High Temperature* (UHT), tenham qualidade, tanto em seus aspectos físico-químicos, quanto sensoriais e microbiológicos[1,2].

Neste enfoque, o controle da qualidade físico-química do leite UHT que chega a população é de fundamental importância para permitir a avaliação do valor nutricional, impedir o consumo do leite de qualidade inferior, ou ainda, detectar possíveis fraudes, tanto por razões econômicas, quanto por razões de saúde pública[3,4].

No Brasil, o agronegócio do leite exerce grande relevância no suprimento de alimentos e no papel social, principalmente na geração de empregos, renda e tributos para o país[5].

O mercado de leite no Brasil vem crescendo nos últimos anos e um dos produtos que mais cresceu em produção foi o leite ultra alta temperatura (UHT). Segundo dados da Associação Brasileira de Indústrias de Leite Longa Vida (ABLV), a produção nacional de leite UHT em 2011 foi de 5,81 bilhões de litros, representando 78% do total do leite fluido consumido no Brasil[4,6].

O estado do Rio Grande do Sul encontra-se entre os maiores produtores de leite no Brasil, entretanto, a baixa qualidade do leite cru e refrigerado destinado ao processamento *Ultra High Temperature* (UHT) vem ocasionando diminuição na vida útil, ocorrência de defeitos como geleificação, sedimentação, desenvolvimento de sabores e odores desagradáveis, além da presença de adulterantes[7,8].

Assim, no Brasil, os órgãos de fiscalização intensificaram sua atuação junto aos produtores, transportadores e indústrias. Neste contexto, o leite cru e refrigerado juntamente com o leite UHT foram selecionados para a realização de pesquisas de fraudes visando detectar a presença de conservantes, neutralizantes e reconstituintes como o formol, peróxido de hidrogênio, hidróxido de sódio e ureia, os quais objetivam aumentar o volume de leite ou ainda diminuir a contagem microbiana e disfarçar más condições higiênicas, considerada fraude inédita no País[9,10,11].

Neste sentido, em 2012, 2013 e 2014, o Ministério Público do Rio Grande do Sul (MP-RS), em parceria com o Ministério da Agricultura, vem deflagrando a Operação Leite Compensado, a qual já resultou na retirada das prateleiras de seis marcas de leite UHT comercializadas no RS, por apresentarem adulterações por formol, ureia, hidróxido de sódio sendo consideradas impróprias para consumo[12].

A descoberta de adulterações do leite comercializado está gerando grande apreensão entre os consumidores gaúchos, dentre os quais estão inseridos aqueles localizados no município de Erechim, onde se estima que o leite UHT seja consumido por aproximadamente 50.000 pessoas, incluindo crianças, gestantes e idosos.

Em face disso, o trabalho teve como objetivo avaliar a qualidade físico-química do leite ultra pasteurizado comercializado no município de Erechim - RS.

MATERIAL E MÉTODO

Coleta e Preparo das Amostras

Nos meses de maio e agosto de 2014, foram coletadas aleatoriamente em estabelecimentos comerciais localizados na cidade de Erechim – RS seis amostras de leite UHT integral, correspondentes a seis diferentes marcas, totalizando doze amostras, as quais foram encaminhadas ao Laboratório de Análises Físico-químicas do Leite do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul - *campus* Erechim. A coleta das amostras foi realizada considerando-se como critério de seleção a integridade física, hermeticidade e conformação das embalagens.

No laboratório, as amostras foram codificadas com as letras A, B, C, D, E e F homogeneizadas por inversão e destinadas para execução das determinações analíticas físico-químicas e determinações analíticas indicadoras de fraudes.

Determinações Analíticas Físico-químicas

Os parâmetros gordura e proteína foram determinados em triplicata em analisador ultrassônico (US – Ekomilk M), utilizando-se cinco mL de cada uma das amostras com temperaturas entre 15°C e 20°C.

Os procedimentos de limpeza do analisador ultrassônico foram realizados com frequência diária, sempre que o intervalo entre duas medições fosse maior que 30 minutos. Nestes casos, efetuou-se a circulação interna de água destilada com temperatura entre 55°C e 60°C, durante cinco ciclos. A verificação da eficiência de limpeza foi realizada através da observação visual da existência de uma aparência translúcida, característica da água destilada.

Ao término da realização das análises dos parâmetros proteína e gordura, iniciava-se um novo procedimento de limpeza conforme descrito acima, acrescidos de cinco ciclos de limpeza com solução alcalina e cinco ciclos de limpeza com água destilada, ambas com temperatura entre 20°C e 25°C.

As determinações físico-químicas de umidade, extrato seco desengordurado (ESD), álcool 80°GL e densidade relativa a 15°C, foram realizadas em triplicata a partir da metodologia proposta pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA)[13].

Na determinação do parâmetro acidez titulável, foi utilizado o método oficial (947.05) descrito segundo metodologia proposta pela *Association of Official Analytical Chemists*[14].

A determinação do ponto de congelamento do leite foi efetuada com um crioscópio eletrônico digital marca ITR, modelo MK 540L. Para tanto, uma amostra de 2,5 mL de leite homogeneizado foi transferida para um tubo de vidro para crioscopia, aquecida em banho-maria a 15°C e colocada no crioscópio, seguindo o método estabelecido pela Federação Internacional de Laticínios (IDF) 108 A[15].

Determinações Analíticas indicadoras de fraudes e Análise Estatística

Na detecção de amido foram transferidos 10,0 mL de leite para um tubo de ensaio efetuando seu aquecimento até ebulição, após manteve-se o aquecimento por um minuto e adicionou-se cinco gotas de lugol. A formação de uma coloração azul indicava a adição intencional desta substância.

A presença de formaldeído foi verificada, pipetando-se cinco mL de leite em um tubo de ensaio, e efetuou-se na sequência a adição de ácido sulfúrico 50% (2,0 mL) e cloreto férrico 2% (0,5 mL), sob homogeneização. A seguir, realizou-se o aquecimento do tubo de ensaio em bico de Bunsen até a completa ebulição. Após dois minutos, o desenvolvimento de uma coloração azulada sugeria a suspeita de fraude.

A determinação de hidróxido de sódio foi efetuada a partir da adição de cinco mL de amostra em um tubo de ensaio e posterior acréscimo de 3 a 4 gotas de Azul de bromotimol 0,1%. Na sequência, uma coloração azul-esverdeada indicava a presença de fraude.

A presença de peróxido de hidrogênio foi determinada pelo método do guaiacol, transferindo-se dois mL da amostra para tubo de ensaio, submetendo seu aquecimento em banho-maria até 35°C. A seguir, adicionou-se dois mL de solução hidroalcoólica de guaiacol a 1,0 % e dois (2,0) mL de leite cru sob agitação. A formação de uma coloração rosa-salmão indicava a existência desta substância.

Todas as determinações descritas acima foram realizadas em duplicata segundo procedimento estabelecido pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA)[13].

O tratamento estatístico dos dados foi efetuado segundo o *Software Estatística* 8.0, a comparação entre as médias foi realizada no módulo de Análise de Variância Univariada (ANOVA), através do teste de Tukey a 5,0% de probabilidade de erro ($p < 0,05$).

Os diferentes tempos amostrais foram comparados entre si no módulo de Análise de Variância Multivariada (MANOVA). Os demais dados estatísticos foram gerados no módulo *Basic Statistics*.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das determinações analíticas físico-químicos do leite UHT integral correspondentes às diferentes marcas avaliadas estão descritos na Tabela 1, onde se observa que as variações verificadas nos valores experimentais dos parâmetros gordura, acidez titulável, densidade relativa a 15°C e índice crioscópico estão em conformidade com os valores de referência definidos pelo Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT[1] e Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite Cru e Refrigerado[2].

Em relação ao parâmetro umidade, os valores obtidos no presente trabalho estão de acordo com aqueles expressos na composição característica do leite citada por Park e Haenlein,[16,3] e Mcsweeney e Fox[17].

Os valores experimentais obtidos para proteína (2,29 a 2,69 g. 100 g^{-1}) foram inferiores aos resultados estabelecidos pela Instrução Normativa 62[18] e alcançados por Rosa e Queiroz[19].

Em relação à acidez titulável, os valores variaram de 0,14 a 0,17 g de ácido lático/100 mL, indicando que as amostras avaliadas foram provenientes de leite cru e refrigerado obtido em condições higiênico-sanitárias adequadas e mantido sob condições de refrigeração apropriada[20].

A manutenção das condições higiênicas e de refrigeração são fundamentais para a qualidade do leite, sugerindo a inibição do processo de acidificação exógena proveniente do desdobramento da lactose em ácidos, ocasionando assim, o aumento de ácidos orgânicos, em especial o ácido lático resultante da fermentação da lactose pelo metabolismo microbiano, pois os valores obtidos estão em conformidade com os padrões estabelecidos para o leite UHT[20].

Tabela 1. Valores experimentais para os parâmetros físico-químicos do leite UHT integral.

Parâmetros	Valores Experimentais	Valores de referência
Umidade (g. 100 g^{-1})	87,86 a 88,71	85 a 88 (g. 100 g^{-1})[3]
Gordura (g. 100 g^{-1})	3,16 a 4,48	Mínimo 3,0 (g. 100 g^{-1})[1]
Proteína (g. 100 g^{-1})	2,29 a 2,69	Mínimo 2,9 (g. 100 g^{-1})[2]
Acidez Titulável (g ác. Láctico.100 mL^{-1})	0,14 a 0,17	0,14 a 0,18 (g. ác. Láctico. 100 mL^{-1})[1]
Densidade relativa a 15°C	1,0293 a 1,0315	1,028 a 1,034[2]
Índice Crioscópico (°H)	-0,534 a -0,543	-0,530 a -0,550°H[2]
Estabilidade ao etanol 80%	Estável	Estável (etanol 68%)[2]

Número de repetições = 36; [1]Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT; [2]Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite Cru e Refrigerado; [3]Park e Haenlein, 2013.

A determinação da densidade pode ser utilizada como um parâmetro indicativo do extrato seco total do leite UHT ou ainda na detecção de fraudes por adição de soro ou água ao leite, caracterizada pela diminuição da mesma. No entanto, essa não é uma análise conclusiva para determinação desta fraude, uma vez que a densidade pode ser alterada em função de outros fatores, como fraudes por reconstituição, excesso de gordura ou um processo de desnate, ocasionando variações na composição do leite ultra pasteurizado[21,22].

A presença de água ou soro no leite UHT, pode modificar a concentração dos principais constituintes sólidos do leite como lactose, proteína, gordura e minerais, alterando as características sensoriais do produto[23,24].

Os valores verificados para o parâmetro densidade relativa a 15°C, expressos na Tabela 1, variaram entre 1,029 a 1,031, estando em conformidade com os padrões estabelecidos para o leite cru e refrigerado, sugerindo que as amostras analisadas não sofreram adulterações intencionais por adição de água ou soro de leite[25].

Os resultados obtidos para o índice crioscópico, os quais indiretamente indicam a concentração de sólidos presentes no leite (-0,534°H a -0,543°H), atendem aos valores estabelecidos conforme a legislação para o leite Cru e refrigerado no Brasil[25].

Os requisitos mínimos de qualidade do leite UHT estabelecem que, após ser submetido à prova do álcool 68%, a estabilidade proteica deve manter-se inalterada, fato este constatado em todas as amostras analisadas (Tabela 1). Bersot et al.[1] e Martins et al.[26] também descreveram que 100% das amostras mantiveram-se estáveis ao álcool 68%. Estes resultados sugerem que a estabilidade encontrada nas amostras está diretamente associada à adição de estabilizantes de proteína (citrato de sódio, monofosfato de sódio, difosfato de sódio e trifosfato de sódio) declarados como ingredientes nas embalagens das diferentes marcas avaliadas.

Na Tabela 2, observam-se os valores médios dos parâmetros físico-químicos do leite UHT integral. Em relação ao parâmetro umidade, verificou-se a existência de diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os valores encontrados para as distintas amostras. Segundo Park e Haenlein[16] e Mcsweeney e Fox[17] os valores considerados normais para este parâmetro podem variar entre 85 e 88 (g. 100 g^{-1}), desta forma, as diferenças verificadas podem ser atribuídas a alterações na composição do leite cru e refrigerado em virtude da influência de fatores como alimentação, estágio de lactação e raça[27].

Segundo Oliveira[28], o leite possui pressão osmótica semelhante a do sangue, assim, os constituintes que mais variam são a gordura e a proteína, os quais influenciam pouco a pressão osmótica, fato que pode ser observado nos resultados expressos na Tabela 2.

As variações nos teores de gordura verificadas nas diferentes marcas podem ser explicadas pela influência de fatores tecnológicos como padronização e características influenciadas pelo aspecto nutricional dos animais, como: relação volumoso e concentrado, fibra efetiva, tipo de concentrado e inclusão de ácidos graxos trans, os quais podem ocasionar diminuição dos teores da gordura do leite. No entanto, como o leite UHT é decorrente da mistura de leites de vários produtores e animais, o fator alimentação passa a ter menor impacto[28,29,30].

Os resultados encontrados para o parâmetro proteína (Tabela 2), demonstram a existência de diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os valores experimentais encontrados nas distintas amostras e nos diferentes meses amostrados. As seis (100%) amostras analisadas nos diferentes meses de estudo, indicam que os valores obtidos foram inferiores a 3,0 (g. 100 g^{-1}), parâmetro adotado como padrão para o leite cru e refrigerado[25]. Estes valores indicam a existência de problemas nutricionais como a baixa disponibilidade de aminoácidos para a síntese proteica, baixo teor energético da dieta e excesso de suplementação lipídica[29]. Estudos realizados por Rezer[31], visando avaliar a qualidade físico-química do leite UHT integral comercializado no Rio Grande do Sul, verificaram que onze (60,0%) amostras de diferentes marcas apresentaram valores abaixo de 3,0%. No entanto, Tamanini et al.[32], em estudos da qualidade físico-química do leite UHT realizados em Londrina – PR, não encontraram alterações na análise deste parâmetro.

Entretanto, este parâmetro não faz parte dos requisitos mínimos de qualidade do leite UHT estabelecidos por Brasil, 2011.

Os valores observados na Tabela 2 para o extrato seco desengordurado correspondem ao somatório dos componentes do leite, excluindo-se a água e a gordura[25]. Sua diminuição indica possível redução no teor dos sólidos do leite, principalmente lactose e proteínas. Este último parâmetro apresentou, no presente estudo, teores inferiores a 3,0 (g. 100 g^{-1}). Tamanini et al.[32], Domareski et al.[33] e Bersot et al.[1] também verificaram resultados de ESD em desacordo com a legislação vigente.

Em relação ao parâmetro densidade, verificou-se a existência de diferenças significativas ($p > 0,05$) entre os valores experimentais encontrados nas diferentes amostras nos dois meses de estudo. Entretanto, as diferenças constatadas neste parâmetro não caracterizam a existência de anormalidades nos valores encontrados, pois 100% das amostras atenderam a legislação. Estes resultados coincidem com os obtidos por Robim[21] e Souza, Katsuda e Dias[22], os quais não encontraram nenhuma amostra abaixo de 1.028.

Em relação à acidez titulável determinada nas diferentes marcas, observou-se que 100% das amostras apresentaram valores em conformidade com os padrões estabelecidos para o leite UHT Brasil[25], Robim[21], Domareski et al.[33] e Martins et al.[26] também encontraram 100% das amostras de leite analisadas com acidez de acordo com o que determina a legislação.

Os valores de crioscopia obtidos para as amostras de leite UHT analisadas (Tabela 2) estão de acordo com os valores encontrados em 24 amostras de leite UHT integral comercializadas em Londrina – PR[3].

De acordo com o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do leite UHT Brasil[25], é permitida a adição de até 0,1% de estabilizantes ao leite, com o objetivo de promover um

Tabela 2. Valores médios (n = 3) dos parâmetros físico-químicos do leite UHT integral durante diferentes meses do ano.

Parâmetros	Marcas	Meses		Valores Padrões
		Maio	Agosto	
Umidade (g. 100 g^{-1})	A	87,86^{Ak}±0,04	88,41^{Bd}±0,13	
	B	87,94^{Aj}±0,07	88,31^{Be}±0,03	
	C	88,21^{Afgh}±0,02	87,94^{Bjk}±0,01	
	D	88,10^{Ai}±0,04	88,28^{Bef}±0,04	
	E	88,23^{Afg}±0,01	88,17^{Bh}±0,01	
	F	88,71^{Ac}±0,02	88,20^{Bgh}±0,02	
Gordura (g. 100 g^{-1})	A	3,34^{Be}±0,021	3,48^{Ac}±0,017	Mínimo 3%[1]
	B	3,25^{Bfg}±0,015	3,28^{Afg}±0,017	
	C	3,30^{Bef}±0,036	3,41^{Ad}±0,011	
	D	3,27^{Bfg}±0,011	3,34^{Ae}±0,026	
	E	3,16^{Bh}±0,026	3,16^{Ah}±0,015	
	F	3,24^{Bg}±0,012	3,24^{Ag}±0,011	
Proteína (g. 100 g^{-1})	A	2,63^{Bd}±0,017	2,57^{Aef}±0,046	Mínimo 2,9%[2]
	B	2,54^{Bfg}±0,015	2,51^{Ag}±0,005	
	C	2,41^{Bh}±0,011	2,69^{Ac}±0,021	
	D	2,29^{Bi}±0,020	2,60^{Ade}±0,012	
	E	2,54^{Bfg}±0,011	2,45^{Ah}±0,011	
	F	2,44^{Bh}±0,015	2,58^{Aef}±0,007	
ESD (g. 100 g^{-1})	A	8,80^{Acd}±0,13	8,11^{Bhi}±0,05	Mínimo 8,2%[1]
	B	8,81^{Ac}±0,09	8,41^{Bfghi}±0,01	
	C	8,49^{Aefgh}±0,01	8,65^{Acde}±0,02	
	D	8,63^{Acde}±0,02	8,38^{Bghi}±0,04	
	E	8,61^{Adef}±0,03	8,67^{Bcde}±0,02	
	F	8,05^{Ai}±0,07	8,56^{Befg}±0,01	
Densidade a 15°C	A	1,0314^{Acd}±0,18	1,0295^{Bg}±0,28	1,028 a 1,034[2]
	B	1,0315^{Ac}±0,15	1,0298^{Bfg}±0,29	
	C	1,0304^{Aef}±0,25	1,0308^{Bcde}±0,25	
	D	1,0309^{Acde}±0,19	1,0298^{Bfg}±0,17	
	E	1,0307^{Acdef}±0,14	1,0312^{Bcde}±0,19	
	F	1,0293^{Ag}±0,13	1,0306^{Bdef}±0,23	
Acidez titulável (g ác. Láctico.100 mL^{-1})	A	0,156^{Ade}±0,57	0,173^{Ac}±0,50	0,14 a 0,18[1]
	B	0,1600^{Ad}±0,57	0,1483^{Aefgh}±0,50	
	C	0,1600^{Ad}±0,28	0,1533^{Adefg}±0,50	
	D	0,1417^{Ah}±0,50	0,1550^{Adef}±0,28	
	E	0,1433^{Agh}±0,28	0,1450^{Afgh}±0,28	
	F	0,1533^{Adefg}±0,28	0,1433^{Agh}±0,28	
Índice Crioscópico (°H)	A	-0,539^{Adef}±0,002	-0,543^{Af}±0,001	-0,530 a -0,550 °H[2]
	B	-0,537^{Acde}±0,002	-0,540^{Aef}±0,002	
	C	-0,537^{Acde}±0,001	-0,538^{Acde}±0,001	
	D	-0,535^{Ac}±0,004	-0,534^{Ac}±0,002	
	E	-0,536^{Acd}±0,001	-0,537^{Acde}±0,002	
	F	-0,536^{Acd}±0,002	-0,536^{Acd}±0,004	

ESD: Extrato Seco Desengordurado; A,B: Médias com letras iguais na mesma linha não diferem significativamente entre si ($p > 0,05$);
c,d,e,f,g,h,i,j,k: Médias com letras iguais na mesma coluna para os mesmos parâmetros, não diferem significativamente entre si ($p > 0,05$);
[1]Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade (RTIQ) do leite UHT; [2]Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do leite Cru e Refrigerado.

aumento na sua estabilidade térmica. Beloti et al.[34] observaram que a adição de 0,1% de citrato de sódio provoca diminuição no ponto de congelamento do leite, alterando a crioscopia em -0,020°H.

Os resultados observados na Tabela 2 sugerem a necessidade da realização de ações integradas e imediatas envolvendo o Serviço de Inspeção de Produtos de Origem Animal (SIPOA), que objetiva o controle higiênico-sanitário dos produtos de origem animal,

visando proteção à saúde dos consumidores, pela oferta de produtos que atendam aos requisitos de qualidade, e às indústrias de laticínios responsáveis, pelas adequações em seus respectivos sistemas de autocontroles[35].

De acordo com a Portaria nº 428, o sistema de fiscalização implementado no País está baseado em análises de risco e na verificação do cumprimento da legislação e dos Programas de Autocontrole, nos quais estão inseridas as Boas Práticas de Produção, as atividades realizadas na indústria, os Procedimentos Padrões de Higiene Operacional, o controle e as análises da matéria-prima e do produto acabado[36].

Como parte do Programa de Avaliação de Conformidade do MAPA e obedecendo a um cronograma pré-estabelecido pelo Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal (DIPOA), são coletados produtos para análises em laboratórios da rede oficial, cuja amostragem é delineada estatisticamente, complementando a inspeção.

Entretanto, segundo Feijó[36], a garantia da qualidade dos produtos lácteos é uma responsabilidade da indústria que os fabrica, devendo para isso, trabalhar com o conceito de autocontrole.

Os resultados das determinações analíticas indicativas de fraudes do leite UHT integral correspondentes às diferentes marcas avaliadas podem ser visualizados na Tabela 3, onde se observa a presença de amido, um reconstituinte da densidade, encontrado em uma (8,3%) amostra.

Robim[21], em seu estudo, não detectou amido e cloretos nas amostras analisadas, da mesma forma que Souza et al.[37] não verificaram a presença de amido e Tamanini et al. (2011) não detectaram álcool etílico nas 30 amostras de leites UHT analisadas.

Santos e Santos[38] encontraram em todas as amostras a presença de substâncias reconstituintes de densidade, das quais quatro (25,0%) delas continham sacarose e outras doze (75,0%) cloretos. Os reconstituintes são substâncias utilizadas com a finalidade de recompor a densidade do leite cujo volume foi aumentado fraudulentamente pela adição de água[27].

A adição de conservantes, embora proibida, é realizada com a finalidade de mascarar a qualidade higiênico-sanitária do leite, eliminando micro-organismos e aumentando a vida útil do produto[24,27].

Em nenhuma amostra analisada foi identificada a presença dos conservantes formaldeído e peróxido de hidrogênio, conforme podemos observar na Tabela 3. Em estudos realizados por Santos e Santos[38], também não foi detectada a presença destes conservantes. Assim como Robim[21], não identificaram a presença de cloro e hipoclorito nas amostras analisadas.

Souza et al.[37] pesquisando a presença de conservantes em cem (100) amostras de leites UHT produzidos em seis estados brasileiros (Paraná, Rio Grande do Sul, São Paulo, Minas Gerais, Rio de Janeiro e Goiás) detectaram a presença de formaldeído em 44 (44,0%) amostras, seguido de peróxido de hidrogênio em 30 (30,0%) e cloro em 12 (12,0%) amostras.

Em relação à presença de hidróxido de sódio, um neutralizante de acidez, verificou-se que uma (8,3%) amostra apresentou essa substância, corroborando os resultados obtidos por Santos[38], que também encontrou uma (6,3%) amostra com presença de neutralizantes entre 16 amostras coletadas na cidade de Cuiabá – MT. Robim[21], pesquisando 58 amostras de leite UHT colhidas no estado do Rio de Janeiro, não detectou leites com esta adulteração.

Conforme Fischer et al.[39], substâncias alcalinas como o bicarbonato de sódio, hidróxido de sódio e o carbonato de cálcio são as mais frequentemente utilizadas para esta finalidade. O uso de neutralizantes no leite não é permitido no Brasil[25], porém, são adicionados com a finalidade de mascarar a acidez promovida por micro-organismos.

Resíduos de antibióticos do grupo ß-Lactâmicos não foram detectados em nenhuma das amostras analisadas, corroborando as respostas encontradas por Robim[21] e Becker et al.[40] que, ao analisarem a presença de antibióticos em leite UHT, encontram 100% das amostras com resultados negativos.

Tabela 3. Parâmetros analíticos indicativos de fraudes no leite UHT integral.

Marcas	Meses	Parâmetros				
		Amido	Formaldeído	Peróxido de Hidrogênio	Hidróxido de Sódio	Antibióticos ß-Lactâmicos
A	Maio	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
B		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
C		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
D		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
E		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
F		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
A	Agosto	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
B		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
C		Positivo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
D		Negativo	Negativo	Negativo	Positivo	Negativo
E		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
F		Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo

Estes resíduos, mesmo detectados em níveis baixos, podem causar problemas à saúde dos consumidores, tais como a seleção de cepas bacterianas resistentes, desequilíbrio da microbiota intestinal, efeitos teratogênicos, reações de hipersensibilidade[41].

Neste contexto, os resultados expressos na Tabela 3 corroboram a necessidade da realização de ações unificadas envolvendo o Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento como proponente das adequações e melhorias no Programa de Combate a Fraudes no Leite e no Programa de Controle de Resíduos e Contaminantes e as indústrias de laticínios responsáveis pelos avanços em seus respectivos sistemas de autocontroles[35, 36,42].

Além das ações supracitadas, o combate a fraudes no leite incluem a intensificação da fiscalização junto aos laticínios, além da imposição de sansões como a suspensão da expedição de produtos ao comércio e o imediato recolhimento dos lotes fraudados. Para tanto, o Ministério da Agricultura vem contando com o apoio de outros órgãos como a Vigilância Sanitária, Polícia, Ministério Público e Ministério da Justiça[36].

CONCLUSÕES

Os resultados referentes ao parâmetro extrato seco desengordurado, obtidos para as amostras A e F, indicam a existência de qualidade nutricional inferior àquela estabelecida pela legislação vigente, já as amostras correspondentes às marcas C e D apresentaram indicativos de adulterações por detecção de amido e hidróxido de sódio, respectivamente.

Os principais problemas observados em relação à qualidade físico-química das amostras foram os baixos valores de proteína na totalidade das amostras e extrato seco desengordurado (duas amostras), bem como os indícios da presença de amido e hidróxido de sódio, substâncias não permitidas segundo a legislação.

De acordo os requisitos mínimos de qualidade estabelecidos para o leite UHT e considerando-se as condições experimentais, foi possível concluir que apenas 33,0% duas marcas (B e E) atendem aos padrões estabelecidos pela legislação vigente, visto que o parâmetro proteína não faz parte dos requisitos mínimos de qualidade deste produto.

Desta forma, percebe-se que os parâmetros mínimos de qualidade do leite UHT integral estabelecidos pela legislação vigente não são suficientes para garantir um produto nutricionalmente seguro ao consumidor. Portanto, os parâmetros mínimos de qualidade do leite UHT integral devem ser revisados e complementados, visando estabelecer parâmetros confiáveis que permitam avaliar de forma efetiva a qualidade físico-química deste produto.

Neste cenário, é de fundamental importância a realização de ações integradas e imediatas envolvendo o Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento, o Serviço de Inspeção de Produtos de Origem Animal e as indústrias de laticínios, visando proteger a saúde dos consumidores, ofertando um leite UHT que atenda aos requisitos de inocuidade e qualidade.

REFERÊNCIAS

1. Bersot LS, Galvão JA, Raymundo NKL, Barcellos VC, Pinto JPAN, Maziero MT. Avaliação microbiológica e físico-química dos leites UHT produzidos no Estado do Paraná, Brasil. Sêmina: Ciênc Agrar. 2010;31(3):645-52. http://dx.doi.org/10.5433/1679-0359.2010v31n3p645
2. Spink J. Safety of food and beverages: risks of food adulteration. In: Encyclopedia of food safety. San Diego: Academic Press; 2014. p. 413-6. Foods, materials technologies and risks; vol. 3.
3. Tamanini R. Controle de qualidade do leite UHT [tese]. Londrina: Universidade Estadual de Londrina, Centro de Ciências Agrárias; 2012.
4. Cardoso CF, Cruz AG, Pinto UM, Faria JAF. Investigating the adulteration of UHT milk in Brazil. In: Hoorfar J, editor. Case studies in food safety and authenticity: lessons from real-life situations. Cambridge: Woodhead; 2012. p. 301-7. (Woodhead publishing series in food science, technology and nutrition).
5. Siqueira KB, Carneiro AV. Conjuntura do mercado lácteo. Bol Eletrôn Mensal. 2012 [acesso em 23 jul 2014];5(44). (Embrapa Gado de Leite). Disponível em: http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/handle/doc/948946
6. Guerra, J. O boom do leite UHT no Brasil. Bebedouro: Scot Consultoria; 2012 [acesso em 23 jul 2014]. Disponível em: http://www.scotconsultoria.com.br/noticias/artigos/24736/o-%3Ci%3Eboom%3Ci %3Edo-leite-uht-no-brasil.htm
7. Nörnberg MFBL, Tondo EC, Brandelli, A. Bactérias psicrotróficas e atividade proteolitíca no leite cru refrigerado. Acta Scien Veterin. 2009;37(2):157-63.
8. Zeni MP, Maran MHS, Silva GPR, Carli EM, Palezi SC. Influência dos microrganismos psicrotróficos sobre a qualidade do leite refrigerado para produção de UHT. Unoesc & Ciência – ACET. 2013;4(1):61-70.
9. Firmino FC; Talma SV, Martins ML, Leite MO, Martins ADO. Detecção de fraudes em leite cru dos tanques de expansão da região de rio pomba, Minas Gerais. Rev Inst Latic. "Cândido Tostes". 2010;65(376):5-11.
10. Kartheek M, Smith AS, Kottai Muthu A, Manavalan R. Determination of adulterants in food: a review. J Chem Pharm Res. 2011;3(2):629-36.
11. Robim MS, Cortez MAS, Silva ACO, Torres Filho RA, Gemal NH, Nogueira EB. Pesquisa de fraude no leite UAT integral comercializado no estado do Rio de Janeiro e comparação entre os métodos de análises físico-químicas oficiais e o método de ultrassom. Rev Inst Latic "Cândido Tostes". 2012;67(389):43-50. http://dx.doi.org/10.5935/2238-6416.20120077

12. Rockenbar M. Consumidor volta a acreditar no leite gaúcho. Rev Leite. 2014;(19)5:7-14.

13. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BR), Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. Oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos, para controle de leite e produtos lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos laboratórios nacionais agropecuários. Diário Oficial União. 14 dez 2006;seção1:6.

14. Association of Official Agricultural Chemists – AOAC. Official methodos of analysis of AOAC International. 17th ed rev. Rockville: Association of Official Agricultural Chemists; 2003.

15. Federation Internationale de Laiterie – FIL. Membrane process guidelines testing terms and definitions. Bull Int Dairy Fed. 1981;134:11.

16. Park YW, Haenlein GFW, editors. Milk and dairy products in human nutrition: production, composition and health. Chichester: Wiley-Blackwell; 2013. p. 45-57.

17. McSweeney PLH, Fox PF, editors. Advanced dairy chemistry. 3rd ed. Vol. 3, Lactose, water, salts and minor constituents. Heidelberg: Springer; 2009.

18. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BR). Instrução Normativa n° 62, de 29 de dezembro de 2011. Aprova o regulamento técnico de produção, identidade e qualidade do leite tipo A, o regulamento técnico de identidade e qualidade de leite cru refrigerado, o regulamento técnico de identidade e qualidade de leite pasteurizado e o regulamento técnico da coleta de leite cru refrigerado e seu transporte a granel. Diário Oficial União. 30 dez 2001;seção 1:6.

19. Rosa LS. Avaliação do processo de ultrafiltração do leite: modelagem matemática preditiva na caracterização do fluxo de permeado in seleção de culturas lácticas no processo de pré-fermentação em leite concentrado por membrana ultrafiltrante para a elaboração de queijo tipo prato [tese]. Rio Grande:Universidade Federal do Rio Grande; 2011.

20. Caldeira LA, Rocha Júnior VR, Fonseca CM, Melo LM, Cruz AG, Oliveira LLS. Caracterização do leite comercializado em Janaúba – MG. Alim Nutr. 2010;21(2):191-5.

21. Robim, MS. Avaliação de diferentes marcas de leite UAT comercializadas no Estado do Rio de Janeiro e o efeito da fraude por aguagem na fabricação, composição e análise sensorial de iogurte [dissertação]. Niterói: Universidade Federal Fluminense; 2011.

22. Souza AHP, Katsuda M K, Dias LF. Avaliação físico-química do leite UHT e pasteurizado comercializado na cidade de Londrina – PR. Rev Bras Pesq Alim. 2010;(1)1:39-42.

23. Cortez MAS, Dias VG, Maia RG, Costa CCA. Características físico-químicas e análise sensorial do leite pasteurizado adicionado de água, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado. Rev Inst.Latic "Cândido Tostes". 2010;65(376):18-25.

24. Campos MTM, Hoff RB, Barreto F, Andrade RBS, Lorenzini DM, Meneghini LZ et al. Detection and confirmation of milk adulteration with cheese whey using proteomic-like sample preparation and liquid chromatography-electrospray-tandem mass spectrometry analysis. Talanta. 2014;120:498-505. 10.1016/j.talanta.2013.11.093

25. Nova legislação comentada de produtos lácteos. 3a ed. São Paulo: Setembro; 2011.

26. Martins AMCV, Rossi Junior OD, Salotti BM, Bürger KP, Cortez ALL, Cardozo MV. Efeito do processamento UAT (ultra alta temperatura) sobre as características físico-químicas do leite. Ciênc Tecnol Alim. 2008;2(28):295-8.

27. Oliveira MN. Tecnologia de produtos lácteos funcionais. São Paulo: Atheneu; 2009.

28. Silva JPCM, Veloso CM. Manejo para maior qualidade do leite. Viçosa: Aprenda Fácil; 2011.

29. Canesin RC, Canaes TS, Souza CC. Gordura do leite e ácidos graxos linolícos conjungados -CLA. In: Oliveira MDD, Souza CC. Bovinocultura leiteira: fisiologia, nutrição e alimentação de vacas leiteiras. Jaboticabal: Funep; 2009, p. 15-53.

30. Silveira TML. Comparação entre os métodos de referência e a análise eletrônica na determinação da composição do leite. Arq Bras Med Vet Zootec. 2004;56(6):782-7. http://dx.doi.org/10.1590/S0102-09352004000600013

31. Rezer APS. Avaliação da qualidade microbiológica e físico-química do leite UHT integral comercializado no Rio Grande do Sul [dissertação]. Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria; 2010.

32. Tamanini R, Beloti V, Ribeiro Junior JC, Silva ICC, Yamada AK, Silva FA. Contribuição ao estudo da qualidade microbiológica e físico-química do leite UHT. Rev Inst Latic "Cândido Tostes". 2011;66(382):27-33.

33. Domareski JL; Bandiera NS, Sato RT, Aragon-alegro IC, Santana EWH. Avaliação físico-química e microbiológica do leite UHT comercializado em três países do Mercosul (Brasil, Argentina e Paraguai). Arch Latinoam Nutr. 2010;(60)3:261-9.

34. Beloti V, Mantovani FD, Silva MR, Tamanini R, Garcia DT, Silva FA. Alterações do ponto de congelamento do leite por adição do estabilizante citrato de sódio. In: Anais do 4o Congresso Brasileiro de Qualidade do Leite; 222-24 set 2010; Florianópolis, Santa Catarina. Curitiba: Conselho Brasileiro de Qualidade do Leite; 2010. p. 105.

35. Feijó L. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal (DIPOA). Brasília, 2011 [acesso em 24 jul 2014]. Disponível em : http://www.agricultura.gov.br/comunicacao/noticias/2014/11/fiscalizacao-do-leite-e-constante-em-todo-o-pais

36. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BR). Portaria nº 428, de 9 de junho de 2010. Aprova o regimento interno das Superintendências Federais de Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União. 14 jun 2010.

37. Souza SS, Cruz AG, Walter EHM, Faria JAF, Celeghini RMS, Ferreira MMC et al. Monitoring the authenticity of Brazilian UHT milk: a chemometric approach. Food Chem. 2011;124(2):692-5.

38. Santos PF, Santos CBG. Detecção de conservantes, neutralizantes e reconstituintes de densidade em leites UHT comercializados em Cuiabá-MT. In: Anais da 62a Reunião Anual da SBPC; 25-30 jul 2010 [acesso em 27 ago 2014]; Natal, RN. São Paulo: Sociedade Brasileira para o Progresso da Ciência; 2010. Disponível em: http://www.sbpcnet.org.br/livro/62ra/resumos/resumos/3637.htm

39. Fischer WJ, Schilter B, Tritscher AM, Stadler RH. Contaminants of milk and dairy products: contamination resulting from farm and dairy practices. In: Fuquay JW, editor. Encyclopedia of dairy sciences. 2nd ed. New York: Elsevier; 2011. p. 887-97.

40. Becker TA, Negrelo IF, Racoulte F, Drunkler DA. Avaliação da qualidade sanitária de leite integral informal, pasteurizado, UHT e em pó comercializados na cidade de Medianeira e Serranópolis do Iguaçu – Paraná. Semina Ciênc Agrár. 2010;31(3):707-16.

41. Fonseca GP, Cruz AG, Faria JAF, Silva R, Moura MRL, Carvalho LMJ. Antibiotic residues in Brazilian UHT milk: a screening study. Ciênc Tecnol Aliment. 2009;29(2):451-3. http://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612009000200035

42. Kamthania M, Saxena J, Saxena K, Sharma, DK. Milk adultration: methods of detection & remedial measures. Int J Eng Techn Res. 2014;Special Issue:15-20.